

明 細 書

化粧品

技術分野

- 5 本発明は化粧品に関し、詳細には、(ジ) ペンタエリスリトール高級脂肪酸エステルで変性されたオルガノポリシロキサンワックスを含む、延びの良い、使用感の優れた化粧品に関するものである。

背景技術

- 10 シリコーン油は、さっぱりして延びが良い等の優れた特性を有し、種々の化粧品に使用されている。しかし、シリコーン油は該して他の化粧品用油剤との相溶性が悪い。特に固形状もしくはスティック状化粧品に使用した際に、皮膚等に施与されたときに滑らかに延びる、使用感の良い化粧品とすることが困難である。

15

シリコーン油を安定な固形状もしくはスティック状に形成するために、シリコーン油と変性されたシリコーンとを混合することが知られている。特表平10-500431号公報には、炭素数が21~30の脂肪族アルコール又はベヘネー官能基を導入したシリコーンが、特開平2-132141号公報にはアクリルーシリコーン系グラフト共重合体が開示されている。

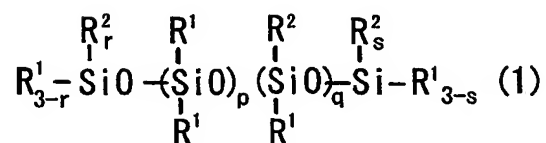
20

- しかしながら、特表平10-500431号公報記載の化合物では、滑らかな固形状もしくはスティック状の化粧品を得ることが難しく、所望の滑らかさを得るためにはエステル油、トリグリセライド油、パラフィン油等の液体油剤をさらに共存させる必要がある。
- 25 アクリルーシリコーン系グラフト共重合体の場合には、液体油剤を添加することは不要であるが、該アクリルーシリコーン系グラフト共重合体自体が樹脂状であり、化粧品の滑らかさが損なわれる。

- そこで、本発明者等は、液体油剤を添加すること無く、滑らかな固形状又はスティック状の化粧品を得る為に鋭意研究した結果、シリコーン油を含む化粧品に、(ジ)ペンタエリスリトールとC18以上の高級脂肪酸とのエステルで変性されたオルガノポリシロキサンワックスを配合することにより、良好な結果を得ることができることを見出し、本発明に到達した。
- 30

発明の開示

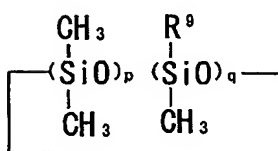
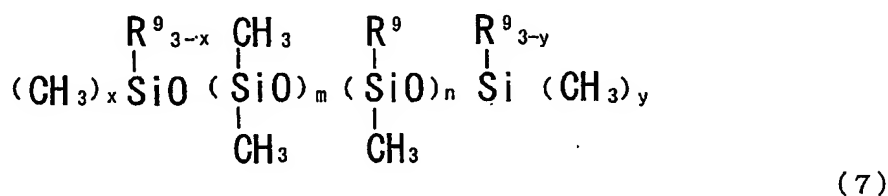
即ち、本発明は下記一般式（１）で表されるオルガノポリシロキサンワックスを含む化粧料である。



5

好ましくは、前記オルガノポリシロキサンワックスの重量平均分子量（ポリスチレン換算）が1,000～8,000である。

また、本発明は、上記オルガノポリシロキサンワックスに加えて、a) 25℃で液体状のシリコン油を含有する化粧料である。好ましくは、前記シリコン油は、下記一般式（７）で示される直鎖状オルガノポリシロキサン、一般式（８）で示される環状オルガノポリシロキサン、及び、一般式（９）で示される分岐状オルガノポリシロキサンからなる群より選ばれる。



(8)



15

本発明の化粧料は、b) 1種または2種以上の油剤、c) 分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物、d) 水、e) 粉体及び／又は着色剤、及び、f) 界面活性剤から選ばれる少なくとも1種をさらに含んでよい。

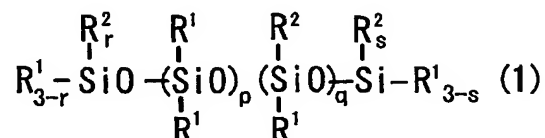
20 本発明の化粧料は、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、多層状、ムース状、スプレー状、又はスティック状の形態の、スキンケア化粧料、毛髪用化粧料、制汗剤、メイクアップ化粧料、又は、紫外線防御用化粧料である。

さらに、本発明は、式（１）のオルガノポリシロキサンワックスと、25℃で液体状の

シリコーン油剤とを重量比 1 : 0.01 ~ 1 : 45 で含んでなる組成物にも関する。

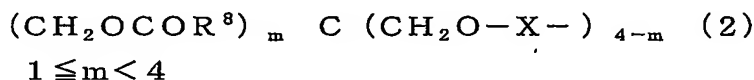
発明を実施するための最良の形態

- 5 本発明の化粧料は、下記式 (1) で表されるオルガノポリシロキサンワックスを含む。

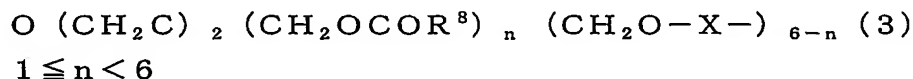


式 (1) において、 R^1 は炭素数 1 ~ 20 のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基、及びフッ素置換アルキル基からなる群より選択される基であり、

- 10 R^2 は下記式 (2) で表されるペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル残基を含む基、



- 15 又は、下記式 (3) で表されるジペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル残基を含む基であり、



式 (2) 及び (3) において R^8 は炭素 17 ~ 30 の、不飽和結合を含んでもよい直鎖脂肪酸基、及び、 $-\text{X}-$ は下記のいずれかであり、

- 20 $-\text{R}^3-$ 、
 $-\text{COR}^4-$

(ここで、 R^3 は C3 ~ C8 のアルキレン基もしくはシクロアルキレン基であり、 R^4 は、カルボキシ基、カルボニルオキシ基及び水酸基からなる群より選ばれる少なくとも 1 つの基を含む C4 ~ C20 の脂肪酸もしくは脂環式基である)

- 25 p 、 q 、 r 、及び s は、夫々、 $0 \leq p \leq 200$ 、 $0 \leq q \leq 200$ 、 $0 \leq r \leq 3$ 、 $0 \leq s \leq 3$ の数であり、但し、 $0 \leq p+q \leq 200$ 、及び、 $1 \leq q+r+s$ である。

- 上記 R^1 の例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基等のアルキル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基、フェニル基、トリル基等のアリール基、ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基、トリフロロプロピル基、ヘプタデカフロロデ
- 30

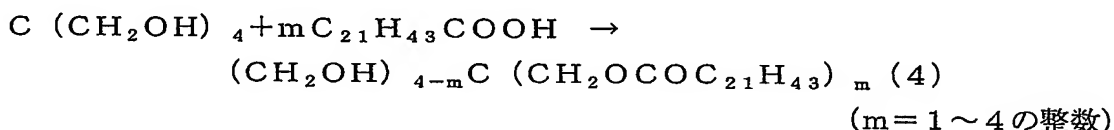
シル基等のフッ素置換アルキル基で表される有機基などを挙げることができる。好ましくは、メチル基、フェニル基、及びトリフロロプロピル基である。

高級脂肪酸 R^8COOH としては、 $C18 \sim 31$ 、好ましくは $C18 \sim 26$ 、の飽和又は不飽和脂肪酸である。該高級脂肪酸の例としては、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸、セロチン酸、ヘプタコサン酸、モンタン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸等が包含され、好ましくはベヘン酸、ステアリン酸であり、より好ましくはベヘン酸、特に、純度が90%以上、より好ましくは95%以上のベヘン酸である。

10

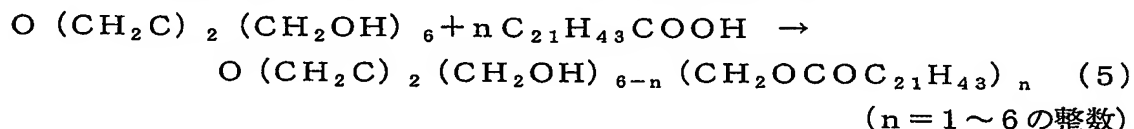
式(2)又は(3)の(ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル残基は、(ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル(以下「高級脂肪酸エステル」と略する場合がある)から導かれる。該高級脂肪酸エステルは、高級脂肪酸とペンタエリスリトール又はジペンタエリスリトールとのエステル化反応により作ることができる。エステル化は、公知の方法により行うことができ、例えば $C22$ のベヘン酸とペンタエリスリトールとは下記反応をする。

15



20

また、ベヘン酸とジペンタエリスリトールは下記反応をする。



25

該高級脂肪酸エステル残基において、 m は $1 \sim 3$ 、好ましくは2又は3であり、 n は $1 \sim 5$ 、好ましくは3～5である。従って、本明細書において「ポリ」は「モノ」も含み得る。水酸基が分子中に残留していない場合、即ち $m=4$ 、 $n=6$ の場合、には該脂肪酸エステルがオルガノポリシロキサンと結合することが出来ず、そのまま残存するので、分子量の違いによる分画等の精製工程が必要となり、好ましくない。また、水酸基が分子中に2個以上ある場合には、ゲル化反応が起こらないように、1価の反応基を有するオルガノポリシロキサンと反応させるようにする。なお、上述のように m 及び n は複数の値を取り得るので、実際には得られた脂肪酸エステルの水酸基価を測定することにより、その平均値が求められ、該平均値を見ながら反応条件等を調整する。

35

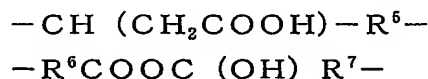
上記好ましい範囲の m を有する高級脂肪酸エステルは、例えばペンタエリスリトール 1 モルと、約 3 モル以下の高級脂肪酸を反応させることによって得ることが出来る。この時、得られる高級脂肪酸ポリエステルは、ペンタエリスリトール高級脂肪酸テトラエステル、ペンタエリスリトール高級脂肪酸トリエステル、ペンタエリスリトール高級脂肪酸ジエステルの混合物となる。

同様に、上記 n の範囲の高級脂肪酸エステルは、例えばジペンタエリスリトールと約 5 モル以下のペヘン酸を反応して得ることが出来る。この時得られる高級脂肪酸ポリエステルは、ジペンタエリスリトール高級脂肪酸ヘキサエステル、ジペンタエリスリトール高級脂肪酸ペンタエステル、ジペンタエリスリトール高級脂肪酸テトラエステル、ジペンタエリスリトール高級脂肪酸トリエステルの混合物となる。

上記高級脂肪酸エステル残基は、下記いずれかの基 X を介してオルガノポリシロキサン の Si に結合される。



ここで、 R^3 は $C3 \sim C8$ 、好ましくは $C3 \sim C6$ のアルキレン基もしくはシクロアルキレン基である。また、 R^4 は、カルボキシ基、カルボニルオキシ基、及び水酸基からなる群より選ばれる少なくとも 1 つの基を含む $C4 \sim C20$ 、好ましくは $C6 \sim C8$ の脂肪族もしくは脂環式炭化水素基であり、好ましくは下記の基である。

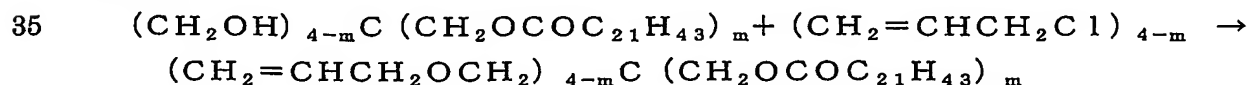


(ここで、 R^5 は $C3 \sim C8$ のアルキレン基もしくはシクロアルキレン基であり、 R^6 は $C3 \sim C8$ のアルキレン基、及び R^7 は $C3 \sim C8$ のアルキレン基もしくはシクロアルキレン基である)

X が $-R^3-$ であるものは、例えば下記の 2 つの方法で作ることができる。

第 1 の方法は、(ジ) ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステルと、末端に二重結合部を含む有機クロライドを反応させて (ジ) ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステルアリルエーテルを合成し、次いで、該エーテルの二重結合部を白金触媒下でオルガノハイドロジェンポリシロキサンと反応させる方法である。

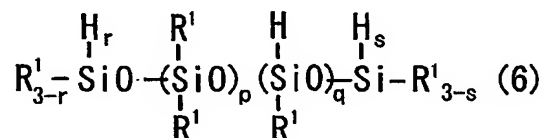
例えば、ペンタエリスリトールポリベヘネートとアリルクロライドは以下のように反応する。



- 第2の方法は、下記のようにして末端に二重結合部分を含む(ジ)ペンタエリスリトールモノア릴エーテルを合成し、残存する水酸基と高級脂肪酸を反応させて高級脂肪酸ポリエステルア릴エーテルを調製し、該エーテルを、白金触媒下でオルガノハイドロジェンポリシロキサンと反応させる方法である。



- 10 オルガノハイドロジェンポリシロキサンとしては、 -SiH 官能基を、末端及び側鎖の何れに持つものでも良く、好ましくは下記一般式(6)で表されるものである。



- 式(6)において R^1 及び p 、 q 、 r 、 s については式(1)について述べたのと同様である。

- 該オルガノハイドロジェンポリシロキサンと末端二重結合化(ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステルとの反応は、無溶剤あるいは溶剤中で、白金系触媒を使用して公知の方法により実施される。反応温度は、 $30^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ 、さらに好適には $60^\circ\text{C} \sim 120^\circ\text{C}$ である。

- また、オルガノハイドロジェンポリシロキサン中の -SiH 基と末端二重結合の反応モル比は特に限定は無いが、二重結合が -SiH の1.05~1.2倍モルになるようにすることが好ましい。

- 次に、 X が $\text{-CO R}^4\text{-}$ であるものは例えば下記の2つの方法で作ることができる。

- 第1の方法は、(ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステルと、酸無水物変性オルガノポリシロキサンを反応させる方法である。酸無水物変性オルガノポリシロキサンは、公知の方法により合成でき、例えば、白金触媒存在下で、アシルコハク酸無水物、5-ノルボルネン-2,3-ジカルボン酸無水物等の不飽和基含有酸無水物を好ましくは式(6)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンに付加反応することによ

り得られる。

例えば、ペンタエリスリトールポリベヘネートとアシルコハク酸無水物を用いた場合、下記構造、

5



(ここでSi～はオルガノポリシロキサン部分を表す)

10

が得られる。

また、酸無水物変性オルガノポリシロキサン中の酸無水物結合部分と (ジ) ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル中の水酸基の反応モル比は、酸無水物結合部分／水酸基＝0.8～1.2で行なわれることが好ましい。

15

Xが-CO R⁴-であるものを調製する第2の方法は、(ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステルの残存する水酸基に対し、当モル以上の環状酸無水物を反応させて該ベヘネート分子内にカルボキシ基を導入し、このカルボキシ基に対し、過剰モルの二重結合含有エポキシ化合物を反応させ、得られたアルケニル化 (ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステルワックスを単離して、白金触媒下、好ましくは式(6)で表されるオルガノハイドロジェンポリシロキサンと反応させる。

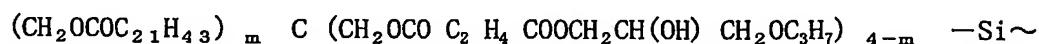
20

使用する環状酸無水物には、特に限定は無いが、好ましくはコハク酸無水物が使用される。また、二重結合含有エポキシ化合物としては、アシルグリシジルエーテル、ビニルシクロヘキセンオキサイドが好適に使用される。また、オルガノハイドロジェンポリシロキサンとしては、上記Si-H官能基を、末端、側鎖何れに持つものでも良く、好ましくは式(6)で表されるものである。該オルガノハイドロジェンポリシロキサンと末端二重結合化 (ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステルとの反応は既に述べたとおりである。

30

例えばペンタエリスリトールポリベヘネート、コハク酸無水物及びアシルグリシジルエーテルとが使用された場合には、下記構造

35



(ここでSi～はオルガノポリシロキサン部分を表す)

が得られる。

上記いずれの反応においても、溶剤は使用しても使用しなくても良いが、オルガノハイドロジェンポリシロキサン又は酸無水物等で変性されたオルガノポリシロキサンと、高級脂肪酸エステルとの相溶性がより良くなるので、溶剤を使用することが好ましい。反応温度は80℃以上であることが好ましく、特に100℃以上とすることが好ましい。これは高級脂肪酸エステルの融点以上で反応させる為である。触媒は、酸無水物変性シリコーンと(ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸エステルとの反応の場合、使用しても使用しなくても良いが、使用する場合には、金属石鹸、有機酸のアルカリ金属塩等が、好適に使用される。

オルガノハイドロジェンポリシロキサンと(ジ)ペンタエリスリトール高級脂肪酸アリル化物とを反応させる場合には、貴金属触媒、特に塩化白金酸から誘導される触媒を使用する。

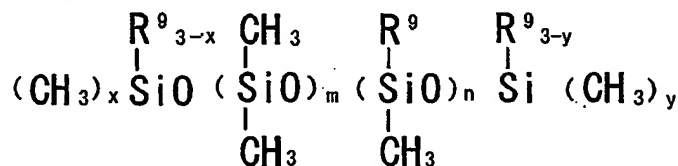
以上のようにして得られる高級脂肪酸エステル変性オルガノポリシロキサンは、示差熱分析計(DSC)を用いて10℃/分で昇温しながら測定される吸熱ピーク先端の温度が60℃、好ましくは70℃以上である。該融点は、公知の高級脂肪酸エステル変性シリコーンの融点が50℃程度であるのに比べて高く、液状油剤と混合されたときに滑らかに延び広がるゲル状乃至固形状となり、液状、エマルジョン状、ペースト状、もしくは固形状の各化粧品へと形成され得る。

また、好ましくは、該オルガノポリシロキサンワックスはGPCにより測定される重量平均分子量(ポリスチレン換算)が1,000~8,000、より好ましくは2,000~7,000、最も好ましくは3,000~6,000である。

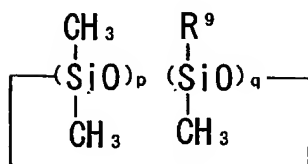
該高級脂肪酸エステル変性オルガノポリシロキサンワックスは、各種の化粧品に使用することができ、特にスキンケア製品、メイクアップ製品、頭髮製品、制汗剤製品、紫外線防除製品等の皮膚や毛髪に外用される化粧品の原料として好適である。該化粧品中の、該高級脂肪酸エステル変性オルガノポリシロキサンの配合量は、化粧品の種類及び配合するa)シリコーン油の種類に応じて、全重量の0.5~95重量%、好ましくは1~70重量%の範囲で適宜調整することができる。例えば、クリーム状化粧品では化粧品全体の0.5~10重量%、好ましくは0.5~5重量%、粉体成分が処方全体の25%以下の固形状又はスティック状化粧品においては、化粧品全体の5~70重量%、好ましくは2~50重量%の配合が好適であり、粉体成分が処方全体の80%以上の固形状化粧品である場合は、化粧品全体の1~10重量%、好ましくは1~5重量%で配合される。

該高級脂肪酸エステル変性オルガノポリシロキサンワックスは、a) シリコーン油と共に化粧料に配合されることが好ましい。本明細書において、シリコーン油には、常温(25℃)で液体状のシリコーン化合物だけでなく、常温で樹脂状、ゴム状のシリコーン樹脂が、低粘度の油剤、例えば、慣用のシリコーン油、炭化水素油、エステル油等の油剤中に溶解又は分散されて油状になっているものも包含される。これらのシリコーン油は、上記高級脂肪酸エステル変性オルガノポリシロキサンワックスと混合することによって、滑らかで伸びが良いペースト状乃至固形状組成物を与える。

10. 好ましいシリコーン油には下記のものが包含される。



(7)



(8)

- 15 $(\text{CH}_3)_{4-r} \text{Si} \{ \text{OSi} (\text{CH}_3)_3 \}_r$ (9)

- 20 (上式で R^9 は、水素原子、水酸基又は炭素数1～20の1価の非置換又はフッ素置換されたアルキル基、アリール基、アミノ置換アルキル基、アルコキシ基及び一般式 $(\text{CH}_3)_3 \text{SiO} \{ (\text{CH}_3)_2 \text{SiO} \}_s \text{Si} (\text{CH}_3)_2 \text{CH}_2 \text{CH}_2 -$ で示される基からなる群より選択される基である。 m は0～1000の整数、 n は0～1000の整数、 $m+n$ が1～1000の整数、 x 、 y は0、1、2又は3、 p 及び q は0～8の整数で $3 \leq p+q \leq 8$ 、 r は1～4の整数、 s は0～500の整数である。)

- 25 R^9 の例には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、トリフロロプロピル基、ノナフロロヘキシル基、ヘプタデシルフロロデシル基、フェニル基、アミノプロピル基、ジメチルアミノプロピル基、アミノエチルアミノプロピル基、ステアロキシ基、プトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、セチロキシ基、ミリスチロキシ基、ステリ

ル基、 α -メチルスチリル基等があげられるが、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基、トリフロロプロピル基、フェニル基、アミノプロピル基、アミノエチルアミノプロピル基が包含される。

- 5 上式のa) シリコーン油の例には、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン共重合体等の低粘度から高粘度、好ましくは粘度 $0.65 \sim 1,000,000 \text{ mm}^2/\text{s}$ の常温で液状であるオルガノポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン (D4)、デカメチルシクロペンタシロキサン (D5)、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン (D6)、
- 10 テトラメチルテトラヒドロジェンシクロテトラシロキサン (H4)、テトラメチルテトラフェニルシクロテトラシロキサン等の環状シロキサン、トリストリメチルシロキシシラン (M3T)、テトラキストリメチルシロキシシラン (M4Q)、トリストリメチルシロキシフェニルシラン等の分岐状シロキサン、ステアロキシシリコーン等の高級アルコキシ変性シリコーン、アルキル変性シリコーン、アミノ変性シリコーン、フッ素変性シリコーン等が
- 15 包含される。

- また、低粘度油剤中に溶解又は分散して使用するシリコーン樹脂で好ましいものの1つは、アルキルヒドロジェンポリシロキサンと、分子鎖中に少なくとも2つの反応性のビニル性不飽和基を有する架橋剤とを反応させることによって得られる架橋型オルガノポリシロキサンを、自重以上の油剤、特に自重以上の粘度 $0.65 \sim 10.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ のシリコーン油により膨潤させたものが挙げられる。アルキルヒドロジェンポリシロキサンとしては直鎖ないし一部分岐単位を有するメチルヒドロジェンポリシロキサン、炭素数が6~20のアルキル鎖がグラフトされたメチルヒドロジェンポリシロキサン、ポリオキシエチレン鎖がグラフトされたメチルヒドロジェンポリシロキサン等をあげることができる。ケイ素原子に結合した水素原子は、分子中に平均で二つ以上必要である。架橋剤としては、メチルビニルポリシロキサンや α 、 ω -アルケニルジエン、グリセリントリアリルエーテル、ポリオキシアルキニル化グリセリントリアリルエーテル、トリメチロールプロパントリアリルエーテル、ポリオキシアルキニル化トリメチロールプロパントリアリルエーテルなどのように、分子中に二つ以上のビニル性反応部位をもつものがあげられる。
- 30 更に、この架橋型オルガノポリシロキサンは、ポリオキシアルキレン部分、ポリグリセリン部分、アルキル部分、アルケニル部分、アリール部分、及びフルオロアルキル部分からなる群から選択される少なくとも1種を架橋分子中に含有することが好ましい。具体例としては、特開平2-43263号、特開平2-214775号、特許2631772号、特開平9-136813号 (KSG30)、特開2001-342255号、国際公開WO03/20828号 (KSG210)、国際公開WO03/24413号 (KSG40) に記載されているものが好ましい。この架橋型オルガノポリシロキサンを用いることにより、
- 35

てかり防止効果、マット感付与効果、密着性向上効果、色移り性防止効果の特性付与を期待できる。

上記架橋型オルガノポリシロキサンとシリコーン油、炭化水素油、エステル油等の油剤
5 からなる組成物の具体例としては、KSG-15, 16, 17, 18, 21, 210, 3
1, 32, 33, 34, 310, 320, 330, 340, 41, 42, 43, 44, 7
10, 810, 820, 830, 840（信越化学工業製商品名）が挙げられる。

低粘度油剤中に溶解又は分散して使用するシリコーン樹脂で好ましい第2のものは、常
10 温でゴム状ないし固体状で、且つ、好ましくはデカメチルシクロペンタシロキサンに溶解
するシリコーン樹脂である。ゴム状シリコーン樹脂は、一般式 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\{(\text{CH}_3)_2\text{SiO}\}_t\{(\text{CH}_3)\text{R}^{10}\text{SiO}\}_u\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ で示される直鎖状シリコーンにおいて、
R¹⁰が炭素数6～20のアルキル基、炭素数3～15のアミノ基含有アルキル基、フッ素置
換アルキル基、4級アンモニウム塩基含有アルキル基からなる群より選択され、tは10
15 01～20000、uは0～5000、t+uが1001～25000であるものが好ま
しい。

固体状のシリコーン樹脂は、トリアルキルシロキシ単位（M単位）、ジアルキルシロキシ
単位（D単位）、モノアルキルシロキシ単位（T単位）、4官能性のシロキシ単位（Q単位）
20 の任意の組み合わせからなるMQ樹脂、MDQ樹脂、MTQ樹脂、MDTQ樹脂、TD樹
脂、TQ樹脂、TDQ樹脂であるシリコーン網状化合物であることが好ましい。特に好ま
しくは、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分及びフルオロア
ルキル部分からなる群から選択される少なくとも1部分を分子中に含有するシリコーン網
状化合物である（特開平2000-234062号、特許第3218872号公報参照）。

25

低粘度油剤中に溶解又は分散して使用するシリコーン樹脂で好ましい第3のものは、常
温で半固体～固体状であるアクリルシリコーン樹脂を揮発性シリコーン、揮発性炭化水
素油、不揮発性シリコーン、不揮発性炭化水素油へ溶解したものである。このアクリル
シリコーン樹脂はピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキレン部分及びフ
30 ルオロアルキル部分からなる群から選択される少なくとも1つの部分を分子中に含有する
アクリルシリコーン樹脂であることが特に好ましい。かかるアクリルシリコーン樹脂の構
造は、シリコーン鎖、またはアクリル鎖の一方がグラフト状であっても、シリコーン鎖と
アクリル鎖のブロック状であっても構わない（特開平1-319518号、特許第270
4730号、特許第2767633号、特許第2767636号、特開2000-344
35 829号公報参照）。

以上述べたシリコーン油のうち、好ましくは、粘度 $1 \sim 30 \text{ mm}^2/\text{s}$ (25°C) のジメチルポリシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、自重以上の、粘度 $0.65 \sim 10.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ のシリコーンにより膨潤されてなる架橋型ジメチルポリシロキサン、架橋型ポリエーテル変性シリコーン、揮発性油に溶解したアクリルシリコーン樹脂が使用される。

5 これらの各シリコーン油は、単独で、又は、混合物として用いてよい。

式 (1) の (ジ) ペンタエリスリトール高級脂肪酸エステルで変性されたオルガノポリシロキサンワックスと a) シリコーン油とは、重量比で $1 : 0.01 \sim 1 : 45$ 、好ましくは $1 : 0.5 \sim 2 : 20$ で混合して、均一なペースト状、ゲル状、乃至、固形状の組成物として、化粧料に配合することが好ましい。化粧料全体中での a) シリコーン油の配合量は、化粧料の種類に応じて適宜調整することができるが、典型的には $1 \sim 70$ 重量%、好ましくは $3 \sim 60$ 重量%の範囲である。ここで、a) シリコーン油の重量は、溶媒も含む量である。

15 本発明の化粧料には、上記 a) シリコーン油以外に、その目的に応じて 1 種又は 2 種以上の b) 油剤を配合することができる。通常の化粧料に使用されるものであれば、固体、半固体、液状、いずれの油剤も使用することができる。斯かる b) 油剤の例としては、天然動植物油脂類及び半合成油脂、炭化水素油、高級アルコール油剤、及びエステル油が挙げられる。

20 例えば、天然動植物油脂類及び半合成油脂としては、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カボックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンドリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、セラックロウ、
25 ウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシク油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、
30 羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、POE ラノリンアルコールエーテル、POE ラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE 水素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等が挙げられる。但し、POE はポリオキシエチレンを意味する。

35

炭化水素油として、オゾケライト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、

パラフィンワックス、ポリエチレンワックス、ポリエチレン-ポリプロピレン共重合体、流動パラフィン、プリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイ
5 コサペンタエン酸（EPA）、ドコサヘキサエン酸（DHA）、イソステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等が挙げられる。

高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレ
10 イルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル（パチルアルコール）、モノオレイルグリセリルエーテル（セラキルアルコール）等が挙げられる。

15 エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、イソノナン酸イソトリデシル、イソノナン酸イソノニル、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリ
20 コール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリ-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチエチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステ
25 アリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロピル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミ
30 リスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等；グリセライド油としては、アセトグリセリル、トリイソオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、モノステアリン酸グリセリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリル、トリミリスチ
35 ン酸グリセリル、ミリスチン酸イソステアリン酸ジグリセリル等が挙げられる。

フッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられる。

- これらのb)油剤の配合量は、化粧料全体の5～95重量%の範囲が好適である。特に、
5 化粧料の形状が固形又はスティック状である固形状の場合は、化粧料全体の10～50重量%の配合が好適である。

- 本発明の化粧料には、その目的に応じてc)分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を1種又は2種以上、用いることもできる。本発明において添加することのできる
10 アルコール性水酸基を有する化合物としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等があり、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等のステロール、ブチレングリコール、プロピレングリコール、ジブチレングリコール、ペンチレングリコール等の多価アルコール等がある。配合量としては、化粧料全体の0.1～98重量%の範囲が好適である。

- 15 本発明の化粧料には、その目的に応じてd)水を配合することも出来る。その配合量は、化粧料全体の1～95重量%の範囲が好適である。

- 本発明の化粧料には、その目的に応じてe)粉体及び／又は着色剤を有する化合物を1
20 種又は2種以上を用いることもできる。

粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状（球状、針状、板状等）や粒子径（煙霧状、微粒子、顔料級等）、粒子構造（多孔質、無孔質等）を問わず、いずれのものも使用することができる。例えば無機粉体、有機粉体、界面活性剤金属塩粉体、有色顔料、パール顔料、金属粉末顔料、天然色素等があげられる。

- 25 無機粉体の具体例としては、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘクトライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化ホウ素、窒化ボロン、シリカ等が挙げられる。

- 35 有機粉体の具体例としては、ポリアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレ

ンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポリメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12ナイロン、6ナイロン、ジメチルシリコーンを架橋した構造を持つ架橋型シリコーン微粉末、ポリメチルシルセスキオキサンの微粉末、架橋型シリコーン上にポリメチルシルセスキオキサンが結合した複合粉体、スチレン・アクリル酸共重合体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリカーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、デンプン末、ラウロイルリジン等が挙げられる。

10

界面活性剤金属塩粉体（金属石鹸）の具体例としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セチルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン酸亜鉛ナトリウム等が挙げられる。

15

有色顔料の具体例としては、酸化鉄、水酸化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、γ-酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した合成樹脂粉体等が挙げられる。

パール顔料の具体例としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チタン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、酸化チタン被覆着色雲母等；金属粉末顔料としては、アルミニウムパウダー、銅パウダー、ステンレスパウダー等が挙げられる。

タール色素としては、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、緑色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色206号、橙色207号等；天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体である。

35

これらの粉体は本発明の効果を妨げない範囲で、粉体を複合化したものや一般油剤、シリコン油、フッ素化合物、界面活性剤等で処理したものも使用することができ、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。また、配合量としては、化粧料全体の0.1～99重量%の範囲が好適である。特に、粉末固形化粧料の場合の配合量としては、化粧料全体の80～99重量%の範囲が好適である。

本発明の化粧料には、その目的に応じて1種又は2種以上のf)界面活性剤を用いることもできる。このような界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。

以下に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合物塩、アルカンスルホン酸塩、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、ホルマリン縮合系スルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等が挙げられる。

非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン（特許第2137062号、特開平7-330907号公報参照）、ポリグリセリン変性オルガノポリシロキサン（特公昭62-34039号、特許第2613124号、特許第2844453号、特開2002-179798号公報参照）、

ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン（特開昭61-90732号、特開平9-59386号公報参照）、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等が挙げられ、両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体、アミドアミン型等が挙げられる。また、配合量としては、化粧料全体の0.1~20重量%、特に好ましくは、0.2~10重量%の範囲が好適である。

更に本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される成分、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、樹脂、制汗剤、紫外線吸収剤、紫外線吸収散乱剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分（美白剤、細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等）、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物、毛髪用固形化剤等を添加することができる。

油溶性ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジ
ンクミリステート等の金属セッケン、N-ラウロイル-L-グルタミン酸、 α , γ -ジオ
n-ブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリ
ンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等の
デキストリン脂肪酸エステル、フラクトオリゴ糖ステアリン酸エステル、イヌリン2-エ
チルヘキサン酸ステリン酸エステル等のフラクトオリゴ糖脂肪酸エステル、ショ糖パルミ
チン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリ
デンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体、
ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシ
ルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれるゲル化剤が挙
げられる。

制汗剤としては、アルミニウムクロロハイドレート、塩化アルミニウム、アルミニウム
セスキクロロハイドレート、ジルコニルヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウ
ムヒドロキシクロライド、アルミニウムジルコニウムグリシン錯体等から選ばれる制汗剤
が挙げられる。

紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラ
ニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系
紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2,4-
ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル
等のウロカニン酸系紫外線吸収剤、4-*t*-ブチル-4'-メトキシ-ジベンゾイルメ
タン等のジベンゾイルメタン系紫外線吸収剤等が挙げられ、紫外線吸収散乱剤としては、

微粒子酸化チタン、微粒子鉄含有酸化チタン、微粒子酸化亜鉛、微粒子酸化セリウム及びそれらの複合体等、紫外線を吸収散乱する粉体が挙げられる。

5 保湿剤としては、グリセリン、ソルビトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、ペンチレングリコール、グルコース、キシリトール、マルチトール、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩、ポリオキシエチレンメチルグルコシド、ポリオキシプロピレンメチルグルコシド等がある。

10 防菌防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

15 酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシルエン、フィチン酸等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d-リネン酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルリチン酸及びその塩、グリチルレチン酸及びグリチルレチン酸ステアシル、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

25 美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸β-ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、α-ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、γ-オリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられる。

35 ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート、

- ピリドキシントリパルミテート等のビタミンB 6類、ビタミンB 1 2及びその誘導体、
 ビタミンB 1 5及びその誘導体等のビタミンB類、L-アスコルビン酸、L-アスコル
 ビン酸ジパルミチン酸エステル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、L-ア
 スコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンC類、エルゴカルシフェロール、
 5 コレカルシフェロール等のビタミンD類、 α -トコフェロール、 β -トコフェロール、
 γ -トコフェロール、酢酸d 1- α -トコフェロール、ニコチン酸d 1- α -トコフェ
 ロール、コハク酸d 1- α -トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンH、ビタミン
 P、ニコチン酸、ニコチン酸ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、パントテ
 ン酸カルシウム、D-パントテニルアルコール、パントテニルエチルエーテル、アセチ
 10 ルパントテニルエチルエーテル等のパントテン酸類、ビオチン等がある。

- アミノ酸類としては、グリシン、バリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオ
 ニン、フェニルアラニン、アルギニン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸、シス
 チン、システイン、メチオニン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸
 15 等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

- 毛髪固定用高分子化合物としては、両性、アニオン性、カチオン性、非イオン性の各高
 分子化合物が挙げられ、ポリビニルピロリドン、ビニルピロリドン/酢酸ビニル共重合体
 等の、ポリビニルピロリドン系高分子化合物、メチルビニルエーテル/無水マレイン酸ア
 ルキルハーフエステル共重合体等の酸性ビニルエーテル系高分子化合物、酢酸ビニル/ク
 20 ロトン酸共重合体等の酸性ポリ酢酸ビニル系高分子、(メタ)アクリル酸/アルキル(メタ)
 アクリレート共重合体、(メタ)アクリル酸/アルキル(メタ)アクリレート/アルキルア
 クリルアミド共重合体等の酸性アクリル系高分子化合物、N-メタクリロイルエチル-N、
 N-ジメチルアンモニウム・ α -N-メチルカルボキシベタイン/アルキル(メタ)アク
 25 リレート共重合体、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート/ブチルアミノエチルメタ
 クリレート/アクリル酸オクチルアミド共重合体等の両性アクリル系高分子化合物が挙げ
 られる。また、セルロースまたはその誘導体、ケラチンおよびコラーゲンまたはその誘導
 体等の天然由来高分子化合物も好適に用いることができる。

- 30 本発明において化粧料には、化粧水、乳液、クリーム、クレンジング、パック、オイ
 ルリキッド、マッサージ料、洗浄剤、脱臭剤、ハンドクリーム、リップクリーム等のス
 キンケア化粧料、メイクアップ下地、白粉、リキッドファンデーション、油性ファンデ
 ーション、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、口紅等のメイ
 クアップ化粧料、シャンプー、リンス、トリートメント、セット剤等の毛髪化粧料、制
 35 汗剤、日焼け止め乳液や日焼け止めクリームなどの紫外線防御化粧料等が包含される。

またこれらの化粧料の形状としては、液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、粉末状、プレス状、多層状、ムース状、スプレー状、スティック状、ペンシル状等、種々の形態を選択することができるが、特に、固形状又はスティック状が好ましい。

5

実施例

以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。尚、特に断らない限り、以下に記載する「%」は「重量%」を意味する。

10 合成例 1

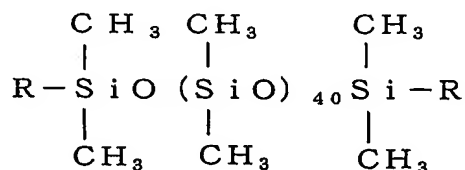
ペンタエリスリトールとベヘン酸とのエステル化反応により、ペンタエリスリトールポリベヘネート(I)を合成した。



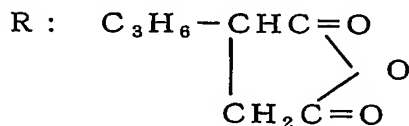
- 15 (I)は、OH価54.2(ペンタエリスリトールトリベヘネート単品だとOH価50.9である)であり、ペンタエリスリトールテトラベヘネート、ペンタエリスリトールトリベヘネート、ペンタエリスリトールジベヘネートの混合物であった。該ペンタエリスリトールポリベヘネート(I) 103.5 g(水酸基換算0.1モル)、下記の酸無水物変性オルガノポリシロキサン168.7 g(酸無水物0.1モルに相当)、トルエン300 g、
- 20 酢酸カリ0.3 gをフラスコに仕込み、トルエン還流下、4時間反応させた。トルエンを減圧下で加熱ストリップすることにより、シリコン変性エステルワックス(A)を得た。該ワックス(A)の融点は75℃であり、た。また、融点より高い温度における外観は透明であった。このことから、未反応物が少なく、該ワックスは均一な組成を有していることが分かる。

25

酸無水物変性オルガノポリシロキサン：

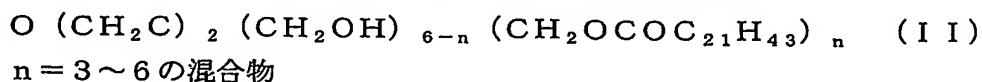


30



35 合成例 2

- ジペンタエリスリトールとペヘン酸とのエステル化反応により、ジペンタエリスリトールポリペヘネート(II)を合成した。(II)は、OH価31.2(ジペンタエリスリトールペヘネート単品のOH価30.1)で、ジペンタエリスリトールヘキサペヘネート、ジペンタエリスリトールペンタペヘネート、ジペンタエリスリトールテトラペヘネート、
- 5 ジペンタエリスリトールトリペヘネートの混合物であった。

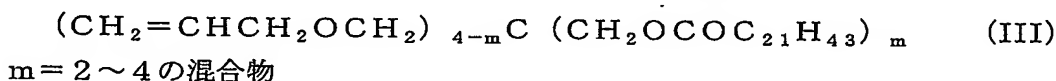


- 合成例1のペンタエリスリトールポリペヘネート(I)に替えて、ジペンタエリスリトールポリペヘネート(II)を186.4g(水酸基換算0.1モル)を使用した以外は実施例1と同様にして、シリコーン変性エステルワックス(B)を得た。ワックス(B)の融点は78℃であり、融点超の温度における外観は透明であった。
- 10

合成例3

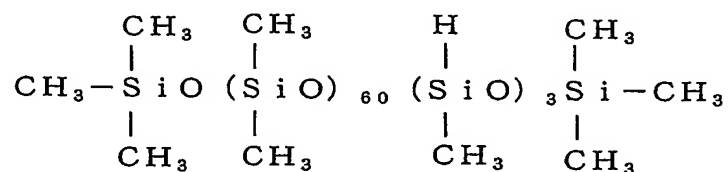
- 15 ペンタエリスリトールポリペヘネート(I)のアリル化物(III)を107.5g(二重結合0.1モル)、下記平均構造のメチルヒドロジェンポリシロキサン143.5g(SiH0.09モル)、トルエン300g、塩化白金酸の0.5%トルエン溶液0.5gをフラスコに仕込み、トルエン還流下4時間反応した。トルエンを減圧下で加熱ストリップすることにより、シリコーン変性エステルワックス(C)を得た。ワックス(C)の融点は
- 20 73℃であり、融点超の温度における外観は透明であった。

ペンタエリスリトールポリペヘネート(I)のアリル化物:



25

メチルヒドロジェンポリシロキサン:



30

実施例1: 乳液

(成分)

- | | 重量 (%) |
|--|--------|
| 1. 合成例1で得たシリコーン変性ワックス(A) | 2.0 |
| 2. ジメチルポリシロキサン(6mm ² /秒(25℃)) | 30.0 |
| 35 3. デカメチルシクロペンタシロキサン | 10.0 |

	4. トリオクタン酸グリセリル	5. 0
	5. ポリエーテル変性シリコーン (注1)	5. 0
	6. 1, 3-ブチレングリコール	5. 0
	7. 防腐剤	適 量
5	8. 香料	適 量
	9. 精製水	43. 0

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KF-6017 (商品名)

(製造方法)

A) 成分1～5を加熱溶解する。

10 B) 成分6～7及び9を混合した後、上記A)を加えて乳化する。

C) 上記B)を冷却し、成分8を加えて乳液を得る。

以上のようにして得られた本発明品の乳液は、べたつきがなく、のびも良かった。また、皮膚に施与されたときに、つやのある仕上がりが得られた。

15 実施例2: 油中水型クリーム

	(成分)	重量 (%)
	1. ジメチルポリシロキサン (6 mm ² /秒 (25℃))	10. 0
	2. デカメチルシクロペンタシロキサン	7. 0
	3. トリオクタン酸グリセリル	5. 0
20	4. ポリエーテル変性分岐型シリコーン (注1)	2. 0
	5. 合成例1で得たシリコーン変性ワックス (A)	1. 0
	6. ジプロピレングリコール	7. 0
	7. 防腐剤	適 量
	8. 香料	適 量
25	9. 精製水	68. 0

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KF-6028 (商品名)

(製造方法)

A) 成分1～5を加熱混合する。

B) 成分6～9を混合し、上記A)に加えて攪拌乳化する。

30 以上のようにして得られた本発明品の油中水型クリームは、べたつきがなく、のびのよい、油中水型クリームであった。

実施例3: 油中水型クリーム

	(成分)	重量 (%)
35	1. 合成例1で得たシリコーン変性ワックス (A)	2. 0
	2. ジメチルポリシロキサン (6 mm ² /秒 (25℃))	10. 0

	3. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注1)	5. 0
	4. ジプロピレングリコール	10. 0
	5. クエン酸ナトリウム	0. 2
	6. エタノール	5. 0
5	7. 防腐剤	適 量
	8. 香料	適 量
	9. 精製水	67. 8

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-21 (商品名)

(製造方法)

10 A) 成分1~3を加熱溶解する。

B) 成分4~9を混合溶解し、上記A)に加えて攪拌乳化する。

以上のようにして得られた本発明品の油中水型クリームは、油っぽさ、べたつきがなく、のびが良かった。また、マット感のある仕上がりを得られた。

15 実施例4: 油中水型クリームメイクアップ下地

(成分)

重量 (%)

	1. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注1)	4. 0
	2. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注2)	1. 0
	3. ポリエーテル変性シリコーン (注3)	0. 5
20	4. ジメチルポリシロキサン ($6\text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	6. 0
	5. ジメチルポリシロキサン ($20\text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	2. 0
	6. デカメチルシクロペンタシロキサン	3. 0
	7. 酸化チタン/シクロペンタシロキサン分散物 (注4)	10. 0
	8. 合成例1で得たシリコーン変性ワックス (A)	1. 0
25	9. ジプロピレングリコール	5. 0
	10. クエン酸ナトリウム	0. 2
	11. メチルセルロース (2%水溶液) (注5)	2. 5
	12. エタノール	3. 0
	13. 防腐剤	適 量
30	14. 香料	適 量
	15. 精製水	61. 8

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-21 (商品名)

(注2) 信越化学工業 (株) 製: KSG-15 (商品名)

(注3) 信越化学工業 (株) 製: KF-6017 (商品名)

35 (注4) 信越化学工業 (株) 製: SPD-T1S (商品名)

(注5) 信越化学工業 (株) 製: メトローズ65-SH4000 (商品名)

(製造方法)

A) 成分 1～8 を加熱混合する。

B) 成分 9～15 を混合溶解し、上記 A) に加えて攪拌乳化する。

5 以上のようにして得られた本発明品の油中水型メイクアップ下地は、油っぽさ、べたつきがなく、のびも良かった。さらに、みずみずしいさっぱりとした使用性を持ち、マット感のある仕上がりが得られた。

実施例 5：水中油型クリーム

(成分)		重量 (%)
10	1. 合成例 1 で得たシリコーン変性ワックス (A)	2. 0
	2. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注 1)	15. 0
	3. デカメチルシクロペンタシロキサン	10. 0
	4. ジメチルポリシロキサン ($6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	18. 0
	5. ポリエーテル変性シリコーン (注 2)	0. 7
15	6. プロピレングリコール	3. 0
	7. ポリアクリルアミド系混合物 (注 3)	0. 8
	8. キサンタンガム (2% 水溶液)	8. 0
	9. 防腐剤	適 量
	10. 香料	適 量
20	11. 精製水	42. 5

(注 1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-16 (商品名)

(注 2) 信越化学工業 (株) 製: KF-6011 (商品名)

(注 3) SEPIIC 製: セピゲル 305 (商品名)

(製造方法)

25 A) 成分 1～4 を加熱混合する。

B) 成分 5～11 を混合溶解する。

C) 上記 A) を上記 B) に加えて攪拌乳化する。

以上のようにして得られた本発明品の水中油型クリームは、のびの軽い、さっぱりとした使用性を持つ、優れた水中油型クリームであることがわかった。

30

実施例 6：油中水型固形クリーム

(成分)		重量 (%)
	1. 合成例 1 で得たシリコーン変性ワックス (A)	30. 0
	2. ジメチルポリシロキサン ($6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	24. 0
35	3. デカメチルシクロペンタシロキサン	24. 0
	4. ポリエーテル変性シリコーン (注 1)	2. 0

- | | | |
|----|----------------|--------|
| 5. | 1, 3-ブチレングリコール | 2. 0 |
| 6. | 防腐剤 | 適 量 |
| 7. | 香料 | 適 量 |
| 8. | 精製水 | 1 8. 0 |
- 5 (注1) 信越化学工業(株) 製: KF-6017 (商品名)
(製造方法)
- A) 成分1~4を加熱溶解した。
- B) 成分5~8を混合溶解し、上記A)に加えて攪拌乳化した。
- C) 上記B)を充填して製品とした。
- 10 以上のようにして得られた本発明品の油中水型固形クリームは、油剤が多いにもかかわらず油っぽさ、べたつきがなく、のびも良かった。

実施例7: 口紅

- | | | |
|----|--|--------|
| | (成分) | 重量 (%) |
| 15 | 1. 合成例1で得たシリコーン変性ワックス (A) | 3 5. 0 |
| | 2. ポリエチレンワックス | 5. 0 |
| | 3. ジメチルポリシロキサン (6 mm ² /秒 (25°C)) | 3 0. 0 |
| | 4. デカメチルシクロペンタシロキサン | 2 6. 0 |
| | 5. アクリルシリコーン樹脂 (注1) | 4. 0 |
| 20 | 6. 顔料 | 適 量 |
| | 7. 防腐剤 | 適 量 |
| | 8. 香料 | 適 量 |

(注1) 信越化学工業(株) 製: KP-545 (商品名)

(製造方法)

- 25 A) 成分1~4を加熱溶解した。
- B) 成分5~7を混合分散し、上記A)に加えて均一に攪拌した。
- C) 上記B)に成分8を添加し、充填して製品とした。
- 以上のようにして得られた本発明品の口紅は、油っぽさ、べたつきがなく、軽い滑りで
- 30 のびも良かった。

実施例8: パウダーファンデーション

- | | | |
|----|----------|--------|
| | (成分) | 重量 (%) |
| | 1. セリサイト | 4 0. 0 |
| | 2. マイカ | 1 0. 0 |
| 35 | 3. タルク | 残 量 |
| | 4. 酸化チタン | 1 0. 0 |

	5. 微粒子酸化チタン	5. 0
	6. ステアリン酸マグネシウム	3. 0
	7. 顔料	4. 2
	8. 合成例 1 で得たシリコーン変性ワックス (A)	1. 0
5	9. ジメチルポリシロキサン ($6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	3. 0
	10. 防腐剤	適 量
	11. 香料	適 量
	(製造方法)	

A) 成分 8～11 を混合する。

10 B) 成分 1～7 を混合した後、上記 A) を加えて均一に混合する。

C) 上記 B) を金型にプレス成型し、パウダーファンデーションを得る。

以上のようにして得られた本発明品のパウダーファンデーションは、べたつきがなく、のびも良かった。しかも、つやのある仕上がりが得られるパウダーファンデーションであることがわかった。

15

実施例 9 : クリームファンデーション

	(成分)	重量 (%)
	1. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注 1)	4. 0
	2. トリオクタン酸グリセリル	3. 0
20	3. ジメチルポリシロキサン ($6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	5. 0
	4. デカメチルシクロペンタシロキサン	6. 0
	5. 合成例 1 で得たシリコーン変性ワックス (A)	2. 0
	6. フッ素変性ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注 2)	2. 5
	7. 顔料	8. 0
25	8. アクリルシリコーン樹脂 (注 3)	5. 0
	9. ジプロピレングリコール	5. 0
	10. クエン酸ナトリウム	0. 2
	11. 防腐剤	適 量
	12. 香料	適 量
30	13. 精製水	59. 3

(注 1) 信越化学工業 (株) 製 : KSG-21 (商品名)

(注 2) 信越化学工業 (株) 製 : KSP-200 (商品名)

(注 3) 信越化学工業 (株) 製 : KP-545 (商品名)

(製造方法)

35 A) 成分 1～6 を加熱混合する。

B) 成分 9～13 を混合溶解し、上記 A) に加えて攪拌乳化する。

C) 成分7～8を混合し、上記B)に加えて均一にする。

以上のようにして得られた本発明品のクリームファンデーションは、べたつきがなく、のびも良く、マット感のある仕上がりが見られるものであることがわかった。

5 実施例10：固形ファンデーション

(成分)

	重量 (%)
1. 合成例1で得たシリコーン変性ワックス (A)	30.0
2. ポリエチレンワックス	5.0
3. ジメチルポリシロキサン (6mm ² /秒 (25℃))	32.5
10 4. デカメチルシクロペンタシロキサン	28.5
5. アクリルシリコーン樹脂 (注1)	4.0
6. 顔料	適量
7. 防腐剤	適量
8. 香料	適量

15 (注1) 信越化学工業 (株) 製：KP-545 (商品名)

(製造方法)

A) 成分1～4を加熱溶解した。

B) 成分5～7を混合分散し、上記A)に加えて均一に攪拌した。

C) 上記B)に成分8を添加し、充填して製品とした。

20 以上のようにして得られた本発明品の固形ファンデーションは、油っぽさ、べたつきがなく、のびの良いものであることがわかった。

実施例11：油中水型コンパクトファンデーション

(成分)

	重量 (%)
25 1. 合成例1で得たシリコーン変性ワックス (A)	25.0
2. キャンデリラワックス	5.0
3. ジメチルポリシロキサン (6mm ² /秒 (25℃))	24.0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	22.0
5. アクリルシリコーン樹脂 (注1)	4.0
30 6. トリメチルシロキシケイ酸 (注2)	1.0
7. ポリエーテル変性シリコーン (注3)	2.0
8. 顔料	適量
9. 1, 3-ブチレングリコール	2.0
10. 防腐剤	適量
35 11. 香料	適量
12. 精製水	15.0

(注1) 信越化学工業(株) 製: KP-545 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株) 製: KF-7312J (商品名)

(注3) 信越化学工業(株) 製: KF-6017 (商品名)

(製造方法)

5 A) 成分1~4、7を加熱溶解した。

B) 成分9、10及び12を混合溶解し、上記A)に加えて攪拌乳化した。

C) 成分5、6、8を混合分散し、上記B)に加えて均一に攪拌した。

D) 上記C)に成分11を添加し、充填して製品とした。

10 以上のようにして得られた本発明品の油中水型コンパクトファンデーションは、油剤が多いにもかかわらず油っぽさ、べたつきがなく、のびも良かった。

実施例12: アイシャドウ

(成分)		重量 (%)
15	1. セリサイト	40.0
	2. マイカ	10.0
	3. タルク	残 量
	4. 酸化チタン	10.0
20	5. 微粒子酸化チタン	5.0
	6. ステアリン酸マグネシウム	3.0
	7. 顔料	適 量
	8. オクチルドデカノール	3.0
25	9. ジメチルポリシロキサン (6mm ² /秒 (25℃))	8.0
	10. 合成例2で得たシリコーン変性ワックス (B)	2.0
	11. 防腐剤	適 量
	12. 香料	適 量

(製造方法)

A) 成分8~11を加熱混合する。

B) 成分1~7を混合した後、上記A)を加えて均一に混合する。

C) 成分14を上記B)に添加する。

30 以上のようにして得られた本発明品のアイシャドウは、べたつきがなく、のびも良く、しかも、つやのある仕上がりが見られるものであることがわかった。

実施例13: パウダーアイブロウ

(成分)		重量 (%)
35	1. 合成例2で得たシリコーン変性ワックス (B)	3.0
	2. ジメチルポリシロキサン (6mm ² /秒 (25℃))	5.0

	3. トリオクタン酸グリセリル	2. 0
	4. シリコーン処理マイカ	40. 0
	5. シリコーン処理硫酸バリウム	15. 0
	6. シリコーン処理酸化チタン	10. 0
5	7. シリコーン処理顔料	適 量
	8. ハイブリッドシリコーン複合粉体 (注1)	1. 5
	9. 球状ポリメチルシルセスキオキサン粉体 (注2)	2. 5
	10. シリコーン処理タルク	残 量
	11. 防腐剤	適 量
10	12. 香料	適 量

(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSP-100 (商品名)

(注2) 信越化学工業 (株) 製: KMP-590 (商品名)

(製造方法)

- A) 成分4～12を混合、均一にする。
- 15 B) 成分1～3を混合溶解し、上記A)に加えて均一にする。
- C) 上記B)を金型にプレス成型し、パウダーアイブロウを得る。

以上のようにして得られた本発明品のアイブロウは、べたつきがなく、のびも良く、しかも、つやのある仕上がりが見られるものであることがわかった。

20 実施例14: ペンシル状アイブロウ

(成分)

		重量 (%)
	1. 合成例2で得たシリコーン変性ワックス (B)	40. 0
	2. ポリエチレンワックス	10. 0
	3. ジメチルポリシロキサン ($6\text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	40. 0
25	4. デカメチルシクロペンタシロキサン	5. 0
	5. アクリルシリコーン樹脂 (注1)	5. 0
	6. 顔料	適 量
	7. 防腐剤	適 量
	8. 香料	適 量

30 (注1) 信越化学工業 (株) 製: KP-545 (商品名)

(製造方法)

- A) 成分1～4を加熱溶解した。
- B) 成分5～7を混合分散し、上記A)に加えて均一に攪拌した。
- C) 上記B)に成分8を添加し、充填して製品とした。
- 35 以上のようにして得られた本発明品のペンシル状アイブロウは、粉飛びがなく滑り性に優れ、延びのよいものであった。

実施例 15 : ヘアクリーム

(成分)		重量 (%)
	1. 合成例 2 で得たシリコーン変性ワックス (B)	2. 0
5	2. ジメチルポリシロキサン ($6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	5. 0
	3. デカメチルシクロペンタシロキサン	8. 0
	4. 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	1. 5
	5. グリセリン	3. 0
	6. プロピレングリコール	5. 0
10	7. ヒドロキシエチルセルロース	0. 2
	8. 防腐剤	適 量
	9. 香料	適 量
	10. 精製水	75. 3

(製造方法)

- 15 A) 成分 1 ~ 3 を加熱溶解する。
 B) 成分 4 ~ 8 及び 10 を均一に混合溶解する。
 C) 上記 B) を上記 A) に加えて乳化後、冷却して成分 9 を加える。

20 以上のようにして得られた本発明品のヘアクリームは、塗布時の伸び、使用後の髪 of 柔軟性、なめらかさ、しっとり感、ツヤにおいて、きわめて優れた効果を示すもので、総合的に非常に優れたヘアクリームであることがわかった。

実施例 16 : コンディショニングムース

(成分)		重量 (%)
	1. 合成例 2 で得たシリコーン変性ワックス (B)	0. 5
25	2. ジメチルポリシロキサン ($6 \text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	2. 0
	3. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注 1)	0. 5
	4. トリオクタン酸グリセリル	1. 5
	5. グリセリン	3. 0
	6. 塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム	0. 5
30	7. ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	0. 5
	8. エタノール	7. 0
	9. 防腐剤	適 量
	10. 香料	適 量
	11. 精製水	残 量
35	12. 液化石油ガス	5. 0

(注 1) 信越化学工業 (株) 製 : KSG-16 (商品名)

(製造方法)

- A) 成分 1～4 を加熱溶解する。
 B) 成分 5～9 及び 11 を均一に混合溶解する。
 C) 上記 B) を上記 A) に加えて乳化後、冷却して成分 10 を加える。
 5 D) 上記 C) をエアゾール缶に充填し、コンデショニングムースを得る。
 以上のようにして得られた本発明品のコンデショニングムースは、しっとり感、柔軟性、なめらかさに優れ、油性感のない良好な感触のもので、しかも、マット感のある仕上がり
 が得られるコンデショニングムースであることがわかった。

10 実施例 17: ロールオンタイプ制汗剤

(成分)

重量 (%)

- | | | |
|----|---|------|
| | 1. 合成例 2 で得たシリコーン変性ワックス (B) | 5.0 |
| | 2. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注 1) | 20.0 |
| | 3. ジメチルポリシロキサン (6 mm ² /秒 (25℃)) | 10.0 |
| 15 | 4. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注 2) | 15.0 |
| | 5. デカメチルシクロペンタシロキサン | 30.0 |
| | 6. アルミニウムジルコニウムテトラクロロハイドレート | 20.0 |
| | 7. 香料 | 適量 |

(注 1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-21 (商品名)

- 20 (注 1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-15 (商品名)

(製造方法)

- A) 成分 1～5 を加熱混合する。
 B) 上記 A) に成分 6、7 を加え、均一に分散する。
 以上のようにして得られたロールオンタイプの制汗剤は、のびが良く、べたつきや油感
 25 がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているものであった。

実施例 18: 油中水型タイプ制汗剤

(成分)

重量 (%)

- | | | |
|----|-----------------------------|------|
| | 1. 合成例 2 で得たシリコーン変性ワックス (B) | 2.0 |
| 30 | 2. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注 1) | 7.0 |
| | 3. デカメチルシクロペンタシロキサン | 7.0 |
| | 4. トリオクタン酸グリセリル | 8.0 |
| | 5. 1, 3-ブチレングリコール | 5.0 |
| | 6. クエン酸ナトリウム | 0.2 |
| 35 | 7. アルミニウムクロロハイドレート | 20.0 |
| | 8. 香料 | 適量 |

9. 精製水

50. 8

(注1) 信越化学工業(株) 製: KSG-21 (商品名)

(製造方法)

A) 成分1~4を加熱混合する。

5 B) 成分5~6及び8を混合し、成分7、8を加え溶解する。

C) 上記A) に上記B) を加え攪拌して乳化する。

以上のようにして得られた油中水型タイプの制汗剤は、のびが良く、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れている油中水型タイプの制汗剤であった。

10.

実施例19: 固形制汗剤

(成分)

重量 (%)

- | | | |
|----|---|------|
| | 1. 合成例1で得たシリコーン変性ワックス (A) | 22.0 |
| | 2. ポリエチレン-ポリプロピレン共重合体 | 4.0 |
| 15 | 3. ジメチルポリシロキサン (6 mm ² /秒 (25℃)) | 22.0 |
| | 4. デカメチルシクロペンタシロキサン | 22.0 |
| | 5. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注1) | 15.0 |
| | 6. アルミニウムジルコニウムテトラクロロハイドレート | 15.0 |
| | 7. 香料 | 適量 |

20 (注1) 信越化学工業(株) 製: KSG-16 (商品名)

(製造方法)

A) 成分1~5を加熱均一にした。

B) 成分6、7を上記A) に混合分散した。

C) 上記B) を充填して製品とした。

25 以上のようにして得られた固形制汗剤は、のびが良く、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れている固形制汗剤であった。

実施例20: 固形制汗剤

(成分)

重量 (%)

- | | | |
|----|---|------|
| 30 | 1. 合成例2で得たシリコーン変性ワックス (B) | 25.0 |
| | 2. ポリエチレンワックス | 8.0 |
| | 3. ジメチルポリシロキサン (6 mm ² /秒 (25℃)) | 25.0 |
| | 4. デカメチルシクロペンタシロキサン | 22.0 |
| | 5. 架橋型ジメチルポリシロキサン (注1) | 5.0 |
| 35 | 6. アルミニウムジルコニウムテトラクロロハイドレート (グリシン塩) | 15.0 |
| | 7. 香料 | 適量 |

(注1) 信越化学工業(株)製: KSG-16 (商品名)

(製造方法)

A) 成分1~5を加熱均一にした。

B) 成分6、7を上記A)に混合分散した。

5 C) 上記B)を充填して製品とした。

以上のようにして得られた固形制汗剤は、のびが良く、べたつきや油感がなく、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れている固形制汗剤であった。

実施例21: UVカット油中水型クリーム

10	(成分)	重量 (%)
	1. シリコーン処理酸化亜鉛	20.0
	2. アクリル変性シリコーン樹脂(注1)	12.0
	3. デカメチルシクロペンタシロキサン	20.0
	4. トリオクタン酸グリセリル	3.0
15	5. 合成例3で得たシリコーン変性ワックス(C)	2.0
	6. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン(注2)	5.0
	7. ポリエーテル変性シリコーン(注3)	1.0
	8. アルキル・ポリエーテル共変性シリコーン(注4)	1.0
	9. メトキシ桂皮酸オクチル	6.0
20	10. クエン酸ナトリウム	0.2
	11. ジプロピレングリコール	3.0
	12. 防腐剤	適量
	13. 香料	適量
	14. 精製水	26.8

25 (注1) 信越化学工業(株)製: KP-545 (商品名)

(注2) 信越化学工業(株)製: KSG-21 (商品名)

(注3) 信越化学工業(株)製: KF-6017 (商品名)

(注4) 信越化学工業(株)製: KF-6026 (商品名)

(製造方法)

30 A) 成分3の一部、及び4~9を加熱混合する。

B) 成分10~12、14を混合し、上記A)に加えて攪拌乳化する。

C) 成分1、2及び3の残部を混合分散し、上記B)に成分13を加えて均一にする。

以上のようにして得られた油中水型タイプのUVカットクリームは、のびが良く、べたつきや油感がなく、透明感があり、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常

35 に優れているUVカットクリームであった。

実施例 22 : UVカット油中水型クリーム

(成分)		重量 (%)
	1. ジメチルポリシロキサン ($6\text{ mm}^2/\text{秒}$ (25°C))	5.0
	2. 架橋型ポリエーテル変性シリコーン (注1)	5.0
5	3. トリオクタン酸グリセリル	2.0
	4. 合成例3で得たシリコーン変性ワックス (C)	1.0
	5. ポリエーテル変性シリコーン (注2)	1.0
	6. 酸化チタン/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注3)	30.0
	7. 酸化亜鉛/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注4)	30.0
10	8. ジプロピレングリコール	3.0
	9. クエン酸ナトリウム	0.2
	10. 防腐剤	適量
	11. 香料	適量
	12. 精製水	22.8
15	(注1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-21 (商品名)	
	(注2) 信越化学工業 (株) 製: KF-6017 (商品名)	
	(注3) 信越化学工業 (株) 製: SPD-T1S (商品名)	
	(注4) 信越化学工業 (株) 製: SPD-Z1 (商品名)	
	(製造方法)	
20	A) 成分1~5を加熱混合する。	
	B) 成分8~10、12を混合溶解し、上記A)に加えて攪拌乳化する。	
	C) 成分6、7、11を上記B)に加えて均一にする。	

以上のようにして得られた油中水型タイプのUVカット乳液は、のびが良く、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているUVカット乳液であった。

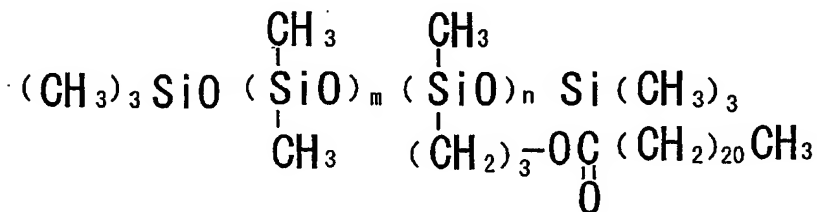
実施例 23 : UVカット水中油型クリーム

(成分)		重量 (%)
	1. 架橋型オルガノポリシロキサン (注1)	5.0
30	2. イソオクタン酸セチル	5.0
	3. 合成例3で得たシリコーン変性ワックス (C)	1.0
	4. 酸化チタン/デカメチルシクロペンタシロキサン分散物 (注2)	15.0
	5. ポリエーテル変性シリコーン (注3)	1.0
	6. ポリエーテル変性シリコーン (注4)	1.0
35	7. アクリル酸アミド系混合物 (注5)	2.0
	8. プロピレングリコール	5.0

9. メチルセルロース (2%水溶液) (注6) 5. 0
10. 防腐剤 適 量
11. 香料 適 量
12. 精製水 60. 0
- 5 (注1) 信越化学工業 (株) 製: KSG-18 (商品名)
 (注2) 信越化学工業 (株) 製: SPD-T1S (商品名)
 (注3) 信越化学工業 (株) 製: KF-6027 (商品名)
 (注4) 信越化学工業 (株) 製: KF-6011 (商品名)
 (注5) セピック製: セピゲル 305 (商品名)
- 10 (注6) 信越化学工業 (株) 製: メトロース SM-4000 (商品名)
 (製造方法)
 A) 成分5~8及び10、12を混合する。
 B) 成分1~3を加熱混合し、上記A)に加えて攪拌乳化する。
 C) 成分4を上記B)に加え、さらに成分9、10を加えて均一にする。
- 15 以上のようにして得られた水中油型タイプのUVカットクリームは、のびが良く、べたつきや油感がなく、透明感があり化粧持ちが良く、温度や経時による変化もなく、使用性も安定性も非常に優れているUVカットクリームであった。

比較例1: 固形ファンデーション

- 20 実施例10において、成分1. シリコーン変性ワックスに代えて下記式のシリコーンワックスを用いたことを除き、実施例10と同様にして固形ファンデーションを作った。



25

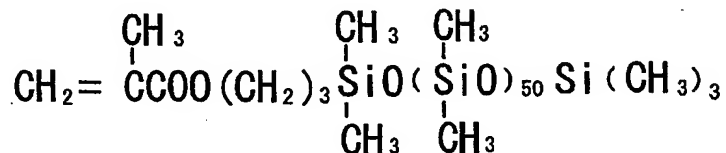
(上式において、 $m=2$ 又は 3 、 $n=13\sim15$ であり、融点 $45\sim53^\circ\text{C}$ であった。)
 得られた固形ファンデーションは、実施例10のファンデーションに比べてべたつきが有り、広がりも悪かった。

- 30 比較例2: 固形ファンデーション

実施例10において、成分1. シリコーン変性ワックスに代えて下記方法で得られたアクリル-シリコーングラフト共重合体ワックスを用いたことを除き、実施例10と同様に

して固形ファンデーションを作った。

下記式で表される方末端メタクリレート置換ジメチルポリシロキサン 30 g、



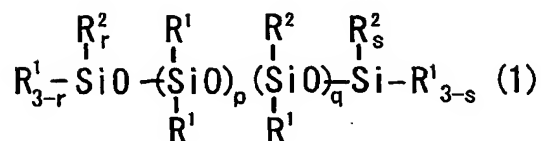
- メチルメタクリレート 30 g、*n*-ブチルメタクリレート 40 g、トルエン 100 g を混合し、
- 5 次いで、アゾビスイソブチロニトリル 1.5 g を添加して溶解させた後、攪拌下に 80~90℃ の温度範囲で 5 時間反応させて粘稠な溶液を得た。該溶液を 2 リットルのメタノール中に注ぎ込み、グラフトポリマーを沈殿させて、濾別した後、乾燥して白色状のアクリルーシリコングラフト共重合体ワックスを得た。このワックスの GPC によるポリスチレン換算の重量平均分子量は、16,000 であり、ガラス転移点は 18℃ であった。
- 10 得られた固形ファンデーションは、滑らかさに欠け延びが悪かった。

産業上の利用可能性

- シリコーン変性ワックスを含有する本発明品の化粧料は、延びが良く、シリコーン油のさっぱり感と相俟って、使用感に優れる。又、本発明の組成物は、さっぱり感があり、
- 15 延びの良い化粧料を形成するのに好適に使用される。

請求の範囲

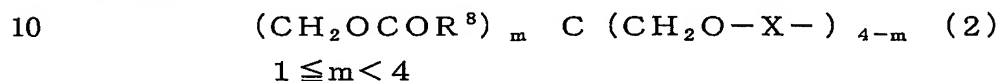
1. 下記一般式 (1) で表されるオルガノポリシロキサンワックスを含む化粧料。



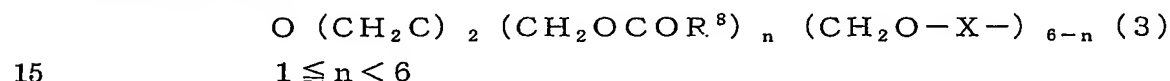
5

[式 (1) において、 R^1 は炭素数 1~20 のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基、及びフッ素置換アルキル基からなる群より選択される基であり、

R^2 は下記式 (2) で表されるペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル残基を含む基、



又は、下記式 (3) で表されるジペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル残基を含む基であり、



15

式 (2) 及び (3) において R^8 は炭素 17~30 の、不飽和結合を含んでいてもよい直鎖脂肪族基であり、及び、 $-X-$ は下記のいずれかであり、

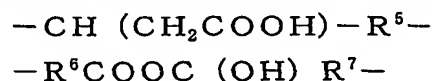


(ここで、 R^3 は C3~C8 のアルキレン基もしくはシクロアルキレン基であり、 R^4 は、カルボキシル基、カルボニルオキシ基及び水酸基からなる群より選ばれる少なくとも 1 つの基を含む C4~C20 の脂肪族もしくは脂環式基である)

p 、 q 、 r 、及び s は、夫々、 $0 \leq p \leq 200$ 、 $0 \leq q \leq 200$ 、 $0 \leq r \leq 3$ 、 $0 \leq s \leq 3$ の数であり、但し、 $0 \leq p+q \leq 200$ 、及び、 $1 \leq q+r+s$ である]

25

2. R^4 が下記のいずれかであることを特徴とする請求項 1 記載の化粧料。



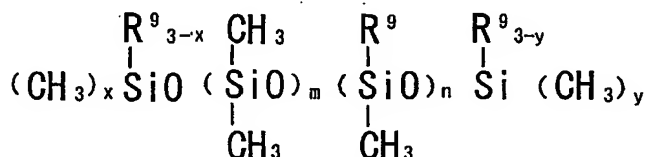
(ここで、 R^5 は C3~C8 のアルキレン基もしくはシクロアルキレン基であり、 R^6 は C3~C8 のアルキレン基、及び R^7 は C3~C8 のアルキレン基もしくはシクロアルキレン基である)

30

3. 前記オルガノポリシロキサンワックスの重量平均分子量（ポリスチレン換算）が 1,000～8,000 である、請求項 1 又は 2 記載の化粧料。

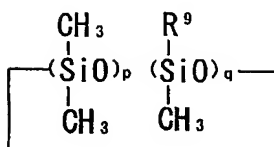
5 4. 化粧料重量の 1～70 重量%の a) 25℃で液体状のシリコーン油を、さらに含むことを特徴とする請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載の化粧料。

5. a) シリコーン油が、下記一般式（7）で示される直鎖状オルガノポリシロキサン、一般式（8）で示される環状オルガノポリシロキサン、及び、一般式（9）で示される分岐状オルガノポリシロキサンからなる群より選ばれる少なくとも 1 種である請求項 4 記載の化粧料。

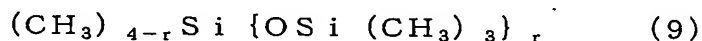


(7)

15



(8)



20

25 (上式で R⁹ は、水素原子、水酸基又は炭素数 1～20 の 1 価の非置換又はフッ素置換されたアルキル基、アリール基、アミノ置換アルキル基、アルコキシ基、及び一般式 (CH₃)₃SiO {(CH₃)₂SiO}_sSi(CH₃)₂CH₂CH₂— で示される基から選択される基からなる群より選ばれる基であり、m は 0～1000 の整数、n は 0～1000 の整数、m+n は 1～1000 の整数、x、y は 0、1、2 又は 3、p 及び q は 0～8 の整数で 3 ≤ p+q ≤ 8、r は 1～4 の整数、s は 0～500 の整数である)

6. a) シリコーン油が、粘度 1～30mm²/s (25℃) のジメチルポリシロキサンである請求項 5 記載の化粧料。

7. a) シリコーン油がデカメチルシクロペンタシロキサンである請求項5記載の化粧料。

8. a) シリコーン油が、架橋型オルガノポリシロキサンが自重以上の粘度0.65~1
5 0.0 mm²/sのシリコーンにより膨潤されてなるものである請求項4記載の化粧料。

9. 前記架橋型オルガノポリシロキサンが、ポリオキシアルキレン部分、ポリグリセリン
部分、アルキル部分、アルケニル部分、アリール部分、フルオロアルキル部分の中から選
10 択された少なくとも一つの部分を該架橋型オルガノポリシロキサンの構造中に有する、請
求項8に記載の化粧料。

10. a) シリコーン油が、常温で半固体乃至固体状であるアクリルシリコーン樹脂を
揮発性シリコーン、揮発性炭化水素油、不揮発性シリコーン、又は、不揮発性炭化水素
油中に溶解したものである請求項4記載の化粧料。

15

11. 前記アクリルシリコーン樹脂が、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシ
アルキレン部分及びフルオロアルキル部分からなる群から選択される少なくとも一つの部
分を分子中に含有する請求項10記載の化粧料。

12. a) シリコーン油が、一般式 $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}\{(\text{CH}_3)_2\text{SiO}\}_t\{(\text{CH}_3)\text{R}^{10}\text{SiO}\}_u\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ で示される直鎖状シリコーンにおいて、R¹⁰ が炭素数6~20
20 のアルキル基、炭素数3~15のアミノ基含有アルキル基、フッ素置換アルキル基、4級
アンモニウム塩基含有アルキル基からなる群より選択され、tは1001~2000、
uは0~5000、t+uが1001~25000であるガム状シリコーン樹脂をデカメ
25 チルシクロペンタシロキサンに溶解したものである請求項4記載の化粧料。

13. a) シリコーン油が、MQ、MDQ、MT、MDT、もしくはMDTQで示される
シリコーン網状化合物、並びに、ピロリドン部分、長鎖アルキル部分、ポリオキシアルキ
レン部分、フルオロアルキル部分及びアミノ部分から選ばれる少なくとも一つの部分を分
30 子中に含有するシリコーン網状化合物をデカメチルシクロペンタシロキサンに溶解したも
のである請求項4記載の化粧料。

14. b) 成分として1種または2種以上の油剤、但しシリコーン油を除く、を化粧料重
量の5~95重量%で含有する請求項1~13のいずれか1項記載の化粧料。

35

15. 前記b) 油剤の少なくとも一部が、融点50℃以上の固形油剤である、請求項14

記載の化粧料。

16. c) 成分として分子構造中にアルコール性水酸基を有する化合物を含有する請求項 1～15 の何れか 1 項に記載の化粧料。

5

17. d) 成分として水を含有する請求項 1～16 の何れか 1 項に記載の毛髪化粧料。

18. e) 成分として粉体及び／又は着色剤を含有する請求項 1～17 のいずれか 1 項に記載の化粧料。

10

19. 前記 e) 粉体及び／又は着色剤の少なくとも一部が、ジメチルシリコーンを架橋した構造を持つ架橋型シリコーン微粉末、ポリメチルシルセスキオキサン微粉末、疎水化シリカ、あるいは球状シリコーンゴム表面をポリメチルシルセスキオキサン粒子で被覆した複合微粉末である、請求項 18 記載の化粧料。

15

20. f) 成分として界面活性剤を含有する請求項 1～19 の何れか 1 項に記載の化粧料。

20

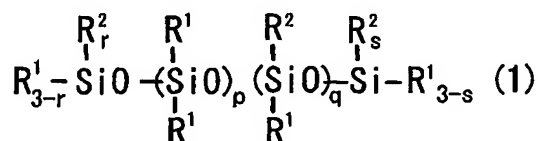
21. 前記界面活性剤が、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、ポリグリセリン変性オルガノポリシロキサン、及び、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサンからなる群より選ばれる少なくとも 1 種である、請求項 20 記載の化粧料。

25

22. 液状、乳液状、クリーム状、固形状、ペースト状、ゲル状、多層状、ムース状、スプレー状、又はスティック状の形態である請求項 1～21 のいずれか 1 項に記載の化粧料。

23. 化粧料が、スキンケア化粧料、毛髪用化粧料、制汗剤、メイクアップ化粧料、紫外線防御用化粧料のいずれかである請求項 1～22 のいずれか 1 項に記載の化粧料。

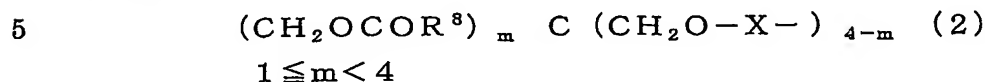
24. 下記一般式 (1) で表されるオルガノポリシロキサンワックスと、



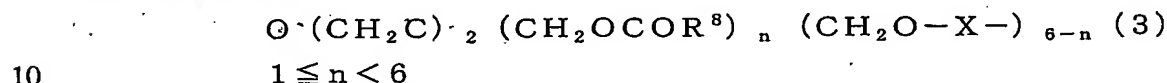
30

[式(1)において、 R^1 は炭素数1~20のアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アラルキル基、及びフッ素置換アルキル基からなる群より選択される基であり、

R^2 は下記式(2)で表されるペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル残基を含む基、



又は、下記式(3)で表されるジペンタエリスリトール高級脂肪酸ポリエステル残基を含む基であり、



式(2)及び(3)において R^8 は炭素17~30の、不飽和結合を含んでいてもよい直鎖脂肪族基であり、及び、 -X- は下記のいずれかであり、



15 (ここで、 R^3 はC3~C8のアルキレン基もしくはシクロアルキレン基であり、 R^4 は、カルボキシ基、カルボニルオキシ基及び水酸基からなる群より選ばれる少なくとも1つの基を含むC4~C20の脂肪族もしくは脂環式基である)

p 、 q 、 r 、及び s は、夫々、 $0 \leq p \leq 200$ 、 $0 \leq q \leq 200$ 、 $0 \leq r \leq 3$ 、 $0 \leq s \leq 3$ の数であり、但し、 $0 \leq p+q \leq 200$ 、及び、 $1 \leq q+r+s$ である。]

20 25℃で液体状のシリコーン油剤とを重量比1:0.01~1:45で含んでなる組成物。

25 25. 一般式(1)で表されるオルガノポリシロキサンワックスと、25℃で液体状のシリコーン油剤とを重量比1:0.5~1:20で含んでなる請求項24記載の組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/07371

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ A61K7/00, 7/48, 7/02, 7/027, 7/032, 7/06, 7/38, 7/42,
C08G77/14, 77/38

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ A61K7/00-7/50, C08G77/14, 77/38

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI/L

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4725658 A (GENERAL ELECTRIC CO.), 16 February, 1988 (16.02.88), Claims & JP 63-189438 A	1-25
A	JP 62-292867 A (Toshiba Silicone Co., Ltd.), 19 December, 1987 (19.12.87), (Family: none)	1-25

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
05 September, 2003 (05.09.03)

Date of mailing of the international search report
24 September, 2003 (24.09.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP03/07371

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ A61K7/00, 7/48, 7/02, 7/027, 7/032, 7/06, 7/38, 7/42
, C08G77/14, 77/38

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ A61K7/00-7/50, C08G77/14, 77/38

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)
WPI/L

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	US 4725658 A (GENERAL ELECTRIC COMPANY) 1988.02.16 CLAIM & JP 63-189438 A	1-25
A	JP 62-292867 A (東芝シリコン株式会社) 1987.12.19 (ファミリーなし)	1-25

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05.09.03

国際調査報告の発送日

24.09.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

岡崎 美穂



4C

9166

電話番号 03-3581-1101 内線 3402